



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**(21), (22) Заявка: **2008104456/02, 05.02.2008**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**05.02.2008**(43) Дата публикации заявки: **10.06.2008**(45) Опубликовано: **10.05.2009** Бюл. № 13(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: **RU 2107742 C1, 27.03.1998. RU 2313489 C2,**  
**10.12.2006. RU 2222622 C2, 27.01.2004. WO**  
**8908723 A1, 21.09.1989. US 2776202 A,**  
**01.01.1957. US 4729881 A, 08.03.1988.**

Адрес для переписки:

**620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,  
ГОУ ВПО "УГТУ-УПИ", Центр  
интеллектуальной собственности**

(72) Автор(ы):

**Зеленин Виктор Иванович (RU),  
Самойлов Валерий Иванович (KZ),  
Куленова Наталья Анатольевна (KZ),  
Умарова Татьяна Алексеевна (KZ),  
Утешева Ольга Александровна (KZ),  
Карташов Вадим Викторович (RU),  
Денисова Эльмира Ивановна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Государственное общеобразовательное  
учреждение высшего профессионального  
образования "Уральский государственный  
технический университет-УПИ" (RU)****(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ БЕРИЛЛИЯ ИЗ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу извлечения бериллия из минерального сырья. Способ включает приготовление шихты из сподумен-бериллового концентрата и флюса и плавление шихты. После плавления проводят водную грануляцию плава, измельчение гранул и их сернокислотное выщелачивание. Шихту готовят из сподумен-бериллового концентрата и флюса из расчета получения массового

соотношения в ней  $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ , равного  $1,9 \div 2,6$ . Водное выщелачивание ведут с дополнительным извлечением лития. Техническим результатом изобретения является получение отвального кека с низким содержанием токсичного бериллия, удешевление процесса извлечения бериллия и расширение сырьевой базы при его производстве. 1 табл.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

**C22B 35/00** (2006.01)**C22B 3/08** (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2008104456/02, 05.02.2008**(24) Effective date for property rights:  
**05.02.2008**(43) Application published: **10.06.2008**(45) Date of publication: **10.05.2009 Bull. 13**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, K-2, ul. Mira, 19, GOU  
VPO "UGTU-UPI", Tsentri intellektual'noj  
sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Zelenin Viktor Ivanovich (RU),  
Samojlov Valerij Ivanovich (KZ),  
Kulnova Natal'ja Anatol'evna (KZ),  
Umarova Tat'jana Alekseevna (KZ),  
Utesheva Ol'ga Aleksandrovna (KZ),  
Kartashov Vadim Viktorovich (RU),  
Denisova Ehl'mira Ivanovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obshcheobrazovatel'noe  
uchrezhdenie vysshego professional'nogo  
obrazovanija "Ural'skij gosudarstvennyj  
tekhnicheskij universitet-UPI" (RU)**

**(54) METHOD OF BERYLLIUM EXTRACTION FROM RAW MINERAL MATERIAL**

(57) Abstract:

FIELD: mining.

SUBSTANCE: invention concerns method of beryllium extraction from raw mineral material. Method involves charge preparation of spodumene beryl concentrate and flux, and charge melting. After melting, water granulation of fusion cake, granule reduction and leaching by sulfuric acid is performed. Charge is prepared of spodumene beryl concentrate

and flux to obtain weight ratio of  $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$  equal to  $1.9\div 2.6$ . Aqueous leaching is performed with additional lithium extraction.

EFFECT: obtaining residual cake with low content of toxic beryllium, reduced cost of beryllium extraction process, extended source base of production.

1 tbl, 1 ex

Изобретение относится к металлургии, в частности к переработке бериллийсодержащих концентратов сподумена.

Промышленными источниками бериллия являются минералы берилл  $[\text{Be}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_3)_6]$ , берtrandит  $[\text{Be}_4(\text{Si}_2\text{O}_7)(\text{OH})_2]$  и фенакит  $[\text{Be}_2(\text{SiO}_4)]$  [Химия и технология редких и рассеянных элементов. В 2 т./ Под ред. К.А.Большакова. - Т.2: Технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1969. - С.113], переработку концентратов которых осуществляют по сульфатной технологии [Химия и технология редких и рассеянных элементов. В 2 т./ Под ред. К.А.Большакова. - Т.2: Технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1969. - С.122-126; Журкова З.А., Матясова В.Е., Матясов Н.Г., Самойлов В.И. Способ извлечения бериллия из бериллиевых флотоконцентратов. - Патент РФ 2107742. - 1998. Бюл. №9]. В силу тесной ассоциации бериллия и лития в рудах литиевые флотоконцентраты всегда содержат примесь бериллия [Химия и технология редких и рассеянных элементов. В 2 т./ Под ред. К.А.Большакова. - Т.2: Технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1969. - С.16-19, 115-116; Москевич М.М. Минерально-сырьевые ресурсы, производство и потребление бериллия, лития, ниобия и тантала в капиталистических странах. - М.: Недра, 1966. - С.22-93, 89, 122-159]. Так, содержание берилла во флотоконцентрате сподумена  $[\text{LiAl}(\text{Si}_2\text{O}_6)]$ , может составлять 0,13 мас.% (в пересчете на бериллий) при содержании лития в указанном концентрате ~3 мас.%. Таким образом, сподуменные концентраты, традиционно перерабатываемые на технические соединения лития [Химия и технология редких и рассеянных элементов. В 2 т./ Под ред. К.А.Большакова. - Т.2: Технология редких и рассеянных элементов. - М.: Высшая школа, 1969. - С.29-34], при повышенном содержании бериллия в указанных концентратах также могут рассматриваться в качестве промышленного источника бериллия. Из таких концентратов бериллий целесообразно извлекать попутно с литием при гидрометаллургической переработке этих концентратов на технические соединения лития.

Известен способ извлечения бериллия из бериллового концентрата [Эверест Д. Химия бериллия. - М.: Химия, 1968. - С.123-125], принятый за аналог, предусматривающий предварительное плавление концентрата с флюсами ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) и последующую грануляцию плава в воде, что приводит к образованию легко вскрываемого серной кислотой гранулята с переводом бериллия в водорастворимый сульфат.

Согласно способу-аналогу из бериллового концентрата и флюсов готовят шихту, в которой массовое соотношение  $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{CaO})$  составляет 2,5. Указанную шихту плавят, плав гранулируют в воде, затем измельчают. Измельченный гранулят обрабатывают разбавленной серной кислотой, сульфатизированный гранулят подвергают водному выщелачиванию с образованием раствора сульфата бериллия и нерастворимого отвального кека, которые разделяют после нейтрализации пульпы выщелачивания. Остаточное сдержание токсичного бериллия в отвальном кеке оценивается  $0,1 \div 0,3$  мас.%, что ухудшает экологическое состояние окружающей среды при захоронении данного отхода бериллиевых производств [Журкова З.А., Матясова В.Е., Матясов Н.Г., Самойлов В.И. Способ извлечения бериллия из бериллиевых флотоконцентратов. - Патент РФ 2107742. - 1998. Бюл. №9].

Недостатками способа-аналога являются высокое содержанием токсичного бериллия в экологически вредном отвальном кеке и ограниченность сырьевой базы способа-аналога берилловым концентратом. Кроме того, способ-аналог

характеризуется дороговизной многостадийного процесса разложения концентрата и его последующего вскрытия серной кислотой, включающего энергоемкую плавку концентрата с дорогостоящими флюсами, грануляцию плава, измельчение гранулята, сульфатизацию измельченного гранулята, водное выщелачивание

5 сульфатизированного гранулята, нейтрализацию пульпы выщелачивания раствором аммиака, разделение нейтрализованной пульпы выщелачивания на раствор сульфата бериллия и нерастворимый отвальный кек.

Наиболее близким по совокупности признаков к заявляемому способу является

10 сернокислотный способ извлечения бериллия из смеси бериллового и берtrandит-фенакит-флюоритового концентратов [Журкова З.А., Матясова В.Е., Матясов Н.Г., Самойлов В.И. Способ извлечения бериллия из бериллиевых флотоконцентратов. - Патент РФ 2107742. - 1998. Бюл. №9].

Для осуществления способа-прототипа готовят шихту из смеси бериллового и

15 берtrandит-фенакит-флюоритового концентратов из расчета получения массового соотношения в смеси  $\text{SiO}_2/\text{CaO}$ , равного  $1,3 \div 1,4$ . К полученной смеси концентратов добавляют карбонат натрия из расчета получения массового соотношения в готовой шихте  $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{CaO})$ , равного  $1,1 \div 1,3$ . Приготовленную шихту плавят, плав

20 гранулируют в воде, затем измельчают. Измельченный гранулят обрабатывают разбавленной серной кислотой, сульфатизированный гранулят подвергают водному выщелачиванию с образованием раствора сульфата бериллия и нерастворимого отвального кека, которые разделяют после нейтрализации пульпы выщелачивания.

25 Остаточное содержание токсичного бериллия в отвальном кеке, полученном по способу-прототипу, ухудшает экологическое состояние окружающей среды при захоронении данного отхода бериллиевых производств.

Недостатками способа-прототипа являются высокое содержанием токсичного бериллия в экологически вредном отвальном кеке, ограниченность сырьевой базы

30 способа-прототипа берилловым и берtrandит-фенакит-флюоритовым концентратами. Кроме того, способ-прототип характеризуется дороговизной многостадийного процесса разложения смеси концентратов бериллия и ее последующего вскрытия серной кислотой, включающего энергоемкую плавку смеси с дорогостоящим

35 карбонатом натрия, грануляцию плава, измельчение гранулята, сульфатизацию измельченного гранулята, водное выщелачивание сульфатизированного гранулята, нейтрализацию пульпы выщелачивания раствором аммиака, разделение нейтрализованной пульпы выщелачивания на раствор сульфата бериллия и нерастворимый отвальный кек.

Задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является

40 разработка способа переработки бериллийсодержащего минерального сырья, обеспечивающего получение отвального кека с низким содержанием токсичного бериллия, расширяющего сырьевую базу бериллиевых производств, позволяющего удешевить процесс извлечения бериллия из минерального сырья.

45 Сущность заявляемого способа извлечения бериллия из минерального сырья заключается в том, что в отличие от известного способа-прототипа, включающего приготовление шихты из сырья и карбоната натрия, плавление шихты, водную грануляцию плава, измельчение гранул, их распульповку в воде, обработку пульпы

50 серной кислотой и водное выщелачивание с извлечением бериллия в раствор, согласно заявляемому изобретению при приготовлении шихты в качестве минерального сырья используют сподумен-берилловый концентрат из расчета получения массового соотношения в ней  $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ , равного  $1,9 \div 2,6$ , а водное выщелачивание ведут с

дополнительным извлечением лития.

Решение поставленной задачи и достижение соответствующих технических результатов обеспечивается тем, что в заявляемом способе составляют шихту [из сподумен-бериллового концентрата и карбоната натрия с массовым соотношением  $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ , равным  $1,9\div 2,6$ ], позволяющую в процессе ее плавки и водной грануляции плава получить легко вскрываемые серной кислотой литийбериллийсодержащие фазы гранулята. Согласно заявляемому способу бериллий извлекают из его нового сырья, что позволяет расширить сырьевую базу бериллиевых производств. В заявляемом способе бериллий извлекают из сподумен-бериллового концентрата с высоким содержанием лития - традиционного сырья производств технических соединений лития. При этом извлечение бериллия осуществляют попутно с целевым компонентом (литием), что позволяет удешевить процесс извлечения бериллия из минерального сырья за счет комплексного использования данного сырья.

Пример осуществления способа.

Способ осуществляется на обычном оборудовании с использованием сподумен-бериллового концентрата с содержанием лития, бериллия и кремния 2,95, 0,13 и 29,19 мас.% соответственно. Для осуществления заявляемого способа готовят шихту из указанного концентрата и карбоната натрия с массовым соотношением  $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$  в шихте  $1,9\div 2,6$ . Полученную шихту загружают в графитовые тигли и плавят в шахтной печи при  $1350^\circ\text{C}$  в течение 30 мин. Расплав сливают в воду с температурой  $15^\circ\text{C}$ , полученные гранулы высушивают, измельчают. Измельченный плав распульповывают в воде при соотношении Т:Ж=1:1. В полученную пульпу добавляют 93%-ную серную кислоту из расчета 0,8 мл на 1 г плава. Образовавшиеся сульфаты выщелачивают водой при  $95\div 100^\circ\text{C}$ , Т:Ж=1:5 (по исходному плаву) в течение 20 мин. Полученную пульпу нейтрализуют  $8\div 10\%$  раствором аммиака до pH 3,5, после чего фильтруют. Отфильтрованный кек подвергают 2-кратной фильтр-репульпационной отмывке водой, подкисленной серной кислотой до pH 3,5, при  $80\div 90^\circ\text{C}$ , Т:Ж=1:7 (по исходному плаву) в течение 15 мин. По остаточному содержанию бериллия и лития в отмытом кеке определяют степень их извлечения из концентрата в раствор.

В табл.1 приведены результаты осуществления заявляемого способа и, для сравнения, способа-прототипа.

Из данных табл.1 следует, что при осуществлении заявляемого способа извлечение бериллия и лития из сподумен-бериллового концентрата в сульфатный раствор составляет  $99,5\div 99,9$  мас.% и  $98,8\div 99,3$  мас.% соответственно (примеры 3 и 4).

Таблица 1 - Сравнительные показатели процесса переработки сподумен-бериллового концентрата по заявляемому способу и смеси из бериллового и берtrandит-фенакит-флюоритового концентратов по способу-прототипу.

№ примера	Способ реализации	Массовое соотношение $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ в исходной шихте в заявляемом способе [массовое соотношение $\text{SiO}_2/(\text{Na}_2\text{O}+\text{CaO})$ в исходной шихте в способе-прототипе]	Содержание Be(Li) в отвальном кеке, мг	Извлечение Be (Li) из концентратов в сульфатный раствор (по кеку), мас. %
1	Заявляемый способ	1,3	0,5 (68,10)	99,9 (99,4)
2		1,6	0,5 (68,10)	99,9 (99,4)
3		1,9	0,5 (79,45)	99,9 (99,3)
4		2,6	2,5 (136,2)	99,5 (98,8)
5		2,9	15,0 (351,85)	97,0 (96,9)
6		3,2	32,5 (737,75)	93,5 (93,5)
7	Способ-прототип	11,1]	5,0	99,0
8		[1,3]	15,0	97,0

Примечание: в примерах 1-6 загрузка Be и Li с исходной шихтой составила соответственно 0,5 г и 11,35 г; в примерах 7-8 загрузка Be с исходной шихтой составила 0,5 г.
---

При переработке шихты с массовым соотношением  $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$  более 2,6 (примеры 5 и 6) извлечение бериллия и лития существенно снижается (до 93,5÷97,0 мас.% и 93,5÷96,9 мас.% соответственно). Снижение массового соотношения  $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$  в шихте ниже 1,9 (за счет увеличения количества карбоната натрия в шихте) (примеры 1 и 2) существенно не влияет на извлечение бериллия и лития из сподумен-бериллового концентрата в сульфатный раствор и экономически нецелесообразно из-за увеличения при этом расхода флюса, энергозатрат на плавку, расхода серной кислоты.

Для сравнения с заявляемым изобретением в табл.1 представлены результаты сернокислотного вскрытия активированной смеси бериллового и берtrandит-фенакит-флюоритового концентратов по способу-прототипу (примеры 7 и 8), по которому извлечение бериллия из смеси концентратов в сульфатный раствор составляет лишь 97,0÷99,0 мас.%.

Таким образом, заявляемый способ позволяет комплексно извлекать из сподумен-бериллового концентрата как литий, так и бериллий. При этом литий является целевым продуктом технологии получения технических соединений лития, а бериллий - побочным продуктом указанной технологии. За счет более полного извлечения бериллия в раствор в заявляемом способе (по сравнению со способом-прототипом) обеспечивается более низкое содержание токсичного бериллия в отвальном кеке, что позволяет повысить экологическую безопасность технологии извлечения бериллия из минерального сырья. Несмотря на то, что подумен-берилловый концентрат характеризуется низким содержанием бериллия, его следует рассматривать в качестве перспективного источника бериллия, т.к. потребление лития в десятки раз превышает потребление бериллия и при переработке указанного сырья на технические соединения лития становится возможным попутно извлекать большие количества бериллия.

#### Формула изобретения

Способ извлечения бериллия из минерального сырья, включающий приготовление шихты из сырья и карбоната натрия, плавление шихты, водную грануляцию плава, измельчение гранул, их распульповку в воде, обработку пульпы серной кислотой и водное выщелачивание с извлечением бериллия в раствор, отличающийся тем, что при приготовлении шихты в качестве минерального сырья используют сподумен-берилловый концентрат из расчета получения массового соотношения в ней  $\text{SiO}_2/(\text{Li}_2\text{O}+\text{Na}_2\text{O})$ , равного 1,9÷2,6, а водное выщелачивание ведут с дополнительным извлечением лития.





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

**(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ**

---

**ММ4А** Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: 06.02.2010

Дата публикации: 20.10.2011

---

RU 2 354 727 C2

RU 2 354 727 C2